

图2 齐墩果酸对照品(C)及样品(D)图谱
1 - 齐墩果酸

3 讨论

金丝桃苷与齐墩果酸是柿蒂中的活性成分,有关其含量测定方法迄今未见报道。本文采用 HPLC 法测定了柿蒂中金丝桃苷与齐墩果酸的含量,结果表明该方法稳定性和重现性均较好,杂质干扰小,是一种较理想的含量测定方法。由本实验结果可知,柿蒂中金丝桃苷的含量很低。

参考文献:

- [1] 肖培根主编. 新编中药志[M]. 第二卷,北京:化学工业出版社,2002:487.
- [2] 胡晓炜,宋绪峰. RP-HPLC 法测定柿蒂中没食子酸的含量[J]. 中国药事,2003,17(6):371.
- [3] 赵晶,高玮,徐帆. 几种含金丝桃素植物提取物的 HPLC 分析[J]. 中国药学杂志,2003,38(10):750.

收稿日期:2004-09-01

HPLC 法测定复方首乌补液中二苯乙烯苷的含量

徐立,唐凡,陈刚(中国人民解放军第113医院,浙江宁波315040)

摘要 目的:建立测定复方首乌补液中二苯乙烯苷(2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷)含量的高效液相色谱法。方法:hypersil ODS 柱,流动相为乙腈:水(30:70);流速 1.0mL/min,检测波长 320nm。结果:2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷线性范围为 25~400mg/mL, $r = 0.9995$;平均回收率为 99.4%。结论:本方法分离效果好,方法简便、快速,适用于该制剂的含量测定。

关键词 高效液相色谱法;复方首乌补液;2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2005)03-0165-03

Determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Fufang Shouwu Buye by HPLC

XU Li, TANG Fan, CHEN Gang (No. 113 Hospital of PLA, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT Objective: To establish a HPLC method for determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Fufang Shouwu Buye. **Method:** A hypersil ODS column with a mobile phase composed of acetonitrile-water(30:70) was used. The detection wavelength was 320nm. **Results:** The linear response range of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside was 25~400mg/mL ($r = 0.9995$). The mean recovery was 99.4%. **Conclusion:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS HPLC; 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside; Fufang Shouwu Buye

复方首乌补液是部颁标准中药成方制剂第五册

作者简介:徐立(1968-),男,副主任药师. Tel:(0556)54053

收载的品种^[1],其主要成分为制何首乌、白术、当归、黄芪等,具有补肝肾,益气血,健脾胃作用,用于肝肾亏损,脾胃虚弱,气血不足等症状。标准中只有鉴别与检查项,无含量测定方法。有关复方首乌补液的含量测定方法也未见报道。本实验采用高效液相色谱法,以2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷为测定成分,为该制剂的质量控制与检测提供了一种准确、方便、科学的方法。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪,515 泵,2487 多波长紫外检测器;色谱工作站:SR2000(上海三锐科技有限公司);Rheodyne 7725i 进样器。

复方首乌补液由广西来宾金钱草药业有限公司提供。2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷系购自中国药品生物制品检定所,批号为 0844-200003;所用的试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: hypersil ODS 柱(4.6 × 250mm, 10μL)。流动相: 乙腈:水(30 : 70), 流速 1.0mL/min, 检测波长 320nm, 进样量 20μL。

2.2 测定波长的选择 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷乙醇溶液在 320nm 处有一最大吸收峰,《中国药典》2000 年版一部中何首乌的含量测

定采用 HPLC 法,以 320nm 为检测波长,因此本品含量测定所采用的波长定为 320nm。

2.3 标准曲线制备与线性关系考察 取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷对照品适量,精密称定,用流动相溶解并定量稀释制成每 1mL 中含 500μg 的溶液,分别取 0.5、1.0、2.0、4.0、8.0mL 置 10mL 量瓶中,用流动相分别稀释至刻度,摇匀,测定。以峰面积 Y 、对照品溶液浓度 X 进行线性回归。2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷回归方程为 $Y = 56\ 763X + 735$ ($r = 0.999\ 5$),线性范围为 25 ~ 400 mg/mL。

2.4 精密度试验 取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷对照品溶液高、中、低 3 个浓度样品进行测定,日内精密度为 0.9% ~ 1.8%;日间精密度为 1.2% ~ 1.9%。

2.5 样品测定 精密量取复方首乌补液约 2.5 mL,置 50mL 量瓶中,加稀乙醇 30mL,振摇使溶解,加稀乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

精密称取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷对照品适量,加稀乙醇制成每 1mL 中约含 100mg 的溶液,作为对照品溶液。分别取对照品溶液和供试品溶液各 20mL,注入液相色谱仪,记录色谱图 1,按外标法以峰面积计算,即得。

以上述方法测定 3 批样品,结果见表 1。

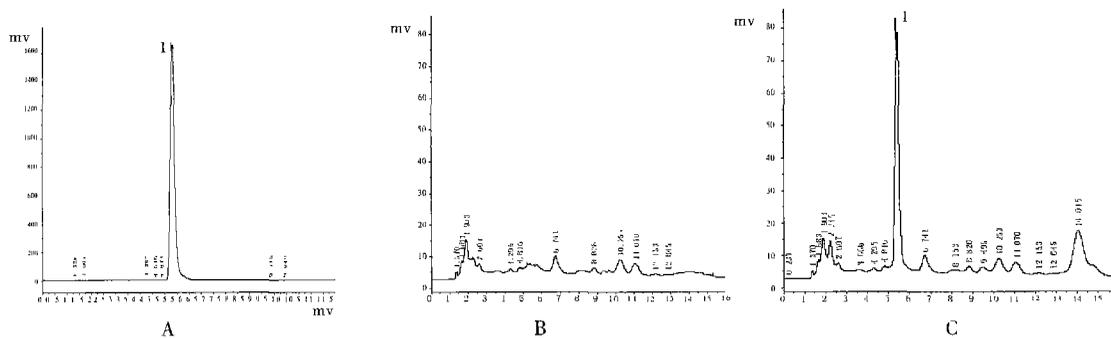


图 1 对照品(A)、空白(B)、样品(C)色谱图

1 - 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷

表 1 样品中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷含量测定结果 ($n = 3$)

批号	含量 (mg/mL)	RSD (%)
040612	3.8	1.3
040803	3.2	1.0
040921	4.1	0.8

2.6 回收率试验

按处方比例,模拟配制不含何首乌的样品,照样品测定项下操作,按 80%、100% 和 120% 的比例,分别加入 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷适量,精密量取适量,按含量测定项下的条件和

表2 加样回收试验测定结果($n=3$)

样品编号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	RSD(%)
1	11.2	11.1	99.1	1.2
2	12.8	12.6	98.4	1.0
3	15.2	15.3	100.7	0.8

3 讨论

3.1 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷在乙醇溶液中不稳定,故配置溶液时以稀乙醇溶液,并且在测定时的对照品溶液用前应现配。

3.2 复方首乌补液中2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷的含量比较高,且在实验的测定条件下其HPLC峰不受杂质峰的干扰,测试结果比较准确,可控制复方首乌补液制剂质量。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂(第五册)[S]. 1998:113.

收稿日期:2005-03-29

复方醋酸地塞米松搽剂的含量测定

顾伟鹰,张和平,黄伟芬,顾洪军(上海市第七人民医院,上海 200137)

摘要 目的:建立复方醋酸地塞米松搽剂中樟脑和醋酸地塞米松的含量测定方法。方法:采用一阶导数光谱法于(305 \pm 1)nm波长处直接测定樟脑的含量;采用可见分光光度法于(485 \pm 1)nm波长处测定醋酸地塞米松的含量。结果:樟脑含量在1.62~3.22mg/mL浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r=0.9994$,平均回收率99.89%,RSD为0.34%。醋酸地塞米松含量在122.04~227.81 μ g/mL浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r=0.9997$,平均回收率99.18%,RSD为1.32%。结论:本方法简便、快速、准确,可用于复方醋酸地塞米松搽剂的质量控制。

关键词 一阶导数光谱法;可见分光光度法;复方醋酸地塞米松搽剂;樟脑;醋酸地塞米松;含量测定
中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2005)03-0167-03

Determination of compound dexamethason acetate liniment

GU Wei-ying, ZHANG He-ping, HUANG Wei-fen, GU Hong-jun (The Seventh People's Hospital of Shanghai, Shanghai 200137, China)

ABSTRACT **Objective:** To establish a quantitative analysis method for camphor and dexamethason acetate in compound dexamethason acetate liniment. **Methods:** The camphor was determined directly at 305nm by first derivative spectrometry. The dexamethason acetate was determined at 485nm by seeable spectrometry. **Results:** The calibration curve of camphor was linear in the range from 1.62 ~ 3.22mg/mL with $r=0.9994$, the average recovery and relative standard deviation were 99.89% and 0.34% respectively. The calibration curve of dexamethason acetate was linear in the range from 122.04 ~ 227.81 μ g/mL with $r=0.9997$, the average recovery and RSD were 99.18% and 1.32% respectively. **Conclusions:** The method is simple, rapid and accurate. It can be used to control the quality of compound dexamethason acetate liniment.

KEY WORDS first derivative spectrometry; seeable spectrometry; compound dexamethason acetate liniment; camphor; dexamethason acetate; determination of content

复方醋酸地塞米松搽剂为医院常用的外用标准制剂,具有抗炎、抗过敏及止痒作用,在《上海市医院制剂手册》^[1]第3版中,仅对樟脑和有机氟化物进行鉴别,目前尚未见有关该制剂含量测定方面的研究报道。为此,我们做了如下的实验研究。

1 仪器与试剂

日本岛津2450型紫外可见分光光度计。樟脑(厦门东风制药厂,批号020501);醋酸地塞米松(仙居制药有限公司,批号021205);复方醋酸地塞米松搽剂(本院自制,批号:040531,040810,041117);乙醇为分析纯。

2 方法和结果

2.1 测定波长的选择